## PRODUCTION OF MAGNESIUM OXIDE HAVING HIGH RESISTANCE TO HYDRATION AND HIGH FLUIDITY

Patent number:

JP2212314

Also published as:

EP0384603 (A1)

US5039509 (A1)

EP0384603 (B1)

Publication date:

1990-08-23

C01F5/08

Inventor:

MIYATA SHIGEO others: 02 KYOWA CHEM IND CO LTD

Applicant:

Classification:
- international:

- european:

Application number:

JP19890031592 19890210

Priority number(s):

Report a data error here

#### Abstract of JP2212314

PURPOSE:To obtain MgO having strong resistance to hydration and high fluidity useful for improvement of thermal conductivity of resin by synthesizing fine crystalline Mg(OH)2 with high dispersibility from water-soluble Mg salt under specific conditions, spray drying the product, baking it at low temp. and pulverizing under the conditions to prevent crumbling of secondary particles. CONSTITUTION:One equiv. of water-soluble Mg salt (e.g. MgCl2) is mixed with <=0.95 equiv., preferably 0.5-0.90 equiv. of alkali material such as NaOH in a water-base medium at <40 deg.C, preferably <30 deg.C to bring them into reaction. Then the production with the mother liquid is heated at about 50-120 deg.C under the atmospheric or higher presure for about 0.5 - several hours to obtain fine crystalline Mg (OH)2 (the mean diameter of secondary particle: <=2mum, BET specific surface area: 15-60m<2>/g, normal diameter of flake-type crystal: 0.01-0.5mum, thickness: 0.01-0.1mum). These fine crystals are dried in a spray dryer to produce granules of 5-500mum secondary particle size, baked at 1100-1600 deg.C, preferably 1200-1400 deg.C for 0.5 - several hours, and then pulverized into the size of the granules produced by spray drying. Thus, MgO having strong resistance to hydration and high fluidity can be obtained.

Data supplied from the esp@cenet database - Patent Abstracts of Japan

#### ®日本国特許庁(JP)

⑪ 特 許 出 願 公 閉

## ◎ 公 開 特 許 公 報 (A) 平2-212314

Int. Cl. 5

識別記号

庁内整理番号

**國公開** 平成 2 年(1990) 8 月23日

C 01 F 5/08

. 6939-4G

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全8頁)

②特 頭 平1-31592

②出 顧 平1(1989)2月10日

**伽発明者 宮田** 

茂 男 香川県髙松市屋島西町251-1

@発明者 穴 吹

仁 香川県高松市川部町1389

**⑩**発明者 真 鍋 等

香川県木田郡三木町大字下高岡1834-1

勿出 願 人 協和化学工業株式会社

香川県高松市屋島西町305番地

個代 理 人 弁理士 小林 正明

#### 明細書

#### 1 発明の名称

高耐水和性、高流動性酸化マグネシウムの製造 方法

#### 2 特許請求の範囲

工程、

- 1 (A) 水溶性マグネシウム塩1当量に対しアルカリ性物質0.95当量以下を、水性媒体中において40℃以下の温度で反応させる工程、(B) 反応物を反応母液とともに、約50~120℃で加熱して水酸化マグネシウムを合成する
- (C) 平均 2 次粒子径約 5 ~ 5 0 0 μ m に ス ア レード ライヤーで α 独 な 繰 す る 工程 、
- (D)· 該造粒物を約11.00~160.0℃で焼成する工程、
- (E) 該焼成物を(C)工程で得られた平均2 次粒子径を実質的に破壊しない条件下で粉砕する 工程

とからなることを特徴とする高耐水和性、高流動

性酸化マグネシウムの製造方法。

- 2 (B) 工程で得られた水酸化マグネシウムのBET比表面積が15~60g/m²、平均2次粒子径が2μm以下、カルシウムが水酸化マグネシウムに対しCaO換算で0.1 重量%以下である請求項1記載の酸化マグネシウムの製造方法。
- 3 (C)工程において、接着剤を約0.1~ 10重量%含有する水酸化マグネシウムを造粒乾燥する請求項1記載の酸化マグネシウムの製造方法。
- 4 請求項1で得られた酸化マグネシウムを、アルコキシシラン、アルコール、水および酸の混合液と接触処理後、500~900℃で焼成して、酸化マグネシウムの装面にケイ素の酸化物を形成させることを特徴とする高耐水和性、高流動性酸化マグネシウムの製造方法。
- 3 発明の詳細な説明・

[産業上の利用分野]

本発明は、高耐水和性、高流動性酸化マグネシウムの製造方法に関する。

さらに詳しくは、本発明は高散点(約2800 で)、高電気絶縁性、低誘電体損失、高透光性、 高熱伝導性、無毒性、塩基性等の酸化マグネシウ ム本来の物性に、高耐水和性、高流動性を付加し、 樹脂の無伝導性改良剤、耐熱材料、電気絶縁材料、 シーズヒータ充填剤、光学材料、研磨材等に有用 な酸化マグネシウムの製造方法に関する。

#### [ 従来の技術]

酸化マグネシウムは軽焼焼成酸化マグネシウム (約600~900℃)と死焼焼成酸化マグネシウム (約1100~1500℃)とに分類される。 前者は酸化マグネシウムの散およびハロゲンの中和に対する優れた化学的活性を利用するものであり、その代表的な用途としては例えばクロコンレン、ハイバロン等のハロゲン化ゴムの受酸剤がある。後者は酸化マグネシウムの優れた物理的性質、即ち高融点(約2800℃)、高温における高準性、切り、放長域に互る透光性、高熱伝統性等を利用した耐熱容器、耐熱部品、断熱材、IC 基板、レンズ、ナトリウムランプ容器、シーズ

被 膜を形成させる方法を提案している。 [発明が解決しようとする課題]

しかし1600℃以上酸化マグネシウムの溶融 温度未満で焼成する方法では、焼成温度の割には 酸化マグネシウムの結晶成長が悪く、しかも焼成 により大きな塊となり、強度の粉砕を必要とする ため、せっかく成長した酸化マグネシウムの単結 品が破壊され、結晶表面に種々の格子欠陥を生ず る。このため、満足できる耐水和性を示さず、同 時に外形が不定形となり、流動性も悪く、樹脂へ の高充填を困難ならしめるという問題がある。

水溶性マグネシウム塩水溶液と所定量のアンモニアとを水酸化マグネシウムの種の存在下に反応させ、ついで1200~2000でで焼成する方法により得られた酸化マグネシウムは、流動性と樹脂への充填性は、粉末品に比して改良されている。なお、粉末品とは、吸椒的粉砕で得られる平均粒子径約10~20μm以下の外形が不定形である種い粒子(球形でない)である。しかし焼成前の水酸化マグネシウムが比吸的大きな結晶であ

ーター、樹脂等の充填材、研磨材等に用いられる。 しかし酸化マグネシウムは水または水蒸気によ り徐々に侵されて水酸化マグネシウムに変化(水 和)し、上配した私々の優れた物理的性質が失わ れるという同題点があり、その利用範囲を狭めて いる。

この問題点を改良するため、特開昭第61−8 5 4 7 4 号公報は、1 6 0 0 ℃以上溶融温度(2 8 0 0 ℃)未満で焼成する方法を提案している。 また特開昭第61−36119号公報は、水溶性マグネシウム塩を含む水溶液に、マグネシウム1 当近に対し1~3.5 当量のアンモニアを水酸化マグネシウムの脳の存在下に反応させ、平均2次粒子径5~500μmの見掛上球形の凝集体からなる水酸化マグネシウムを合成し、これを1200~2000℃で焼成する方法を提案している。

特開昭第62-288114号公報および特開 昭第63-45117号公報は、酸化マグネシウム 厳労末を有級シリケート化合物で表面処理後然 処理して酸化マグネシウムの粒子表面にシリカの

り、しかも倒片状外形をしているため、焼結性は 粉末水酸化マグネシウムの場合よりも改良されて はいるが満足できるものではなく、また高温焼焼 を必要とする。また凝築体内部だけでなく凝集体 同志が結合するため、強度の粉砕を必要とし、こ のためほぼ球形の元の2次凝集体も同時に破壊さ れるとともに、結晶表面の欠陥部分が増加し、そ の結果耐水和性が不十分であるという問題を有し ている:

を有している。

本発明は、上記従来の技術が有していた課題を解決し、流動性が高く作業性に優れるとともに、 十分な熱伝導性改良に必要な樹脂への高充填を可 館ならしめる 2 次粒子径と嵩密度を有し、がつ高 耐水和性の酸化マグネシウムを従来の方法よりも より低温焼成で製造する方法を提供する。

さらには上記高耐水和性酸化マグネシウムを有機シラン処理することにより、一層優れた耐水和性を有する酸化マグネシウムを製造する方法を提供する。

#### [課題を解決するための手段]

本発明は、

- (A) 水溶性マグネシウム塩1当量に対しアルカリ性物質0.95当量以下を、水性媒体中において40℃以下の温度で反応させる工程、
- (B) 反応物を反応母液とともに、約50~1 20℃で加熱して水酸化マグネシウムを合成する 工程、
- (C) 平均2次粒子径約5~500µmにスプ

マグネシウムをまず製造し、ついで (D) および (E) 工程からなる該造粒物の低温焼成、および 該焼成物の該造粒物を実質的に破壊しない程度の 粉砕を実施する各工程を経ることにより、高流動性、高充填性、高水和性を有する酸化マグネシウムが得られることを見いだし完成されたものである

得られる水散化マグネシウムは、平均2次粒子径2μm以下、BET比表面積15~60m²/g、板状結晶の直径約0.01~0.5μm、厚さ0.01~0.1μmである高分散性の微結品である。上記水散化マグネシウムの合成条件を適宜退

レードライヤーで追粒乾燥する工程、

- (D) 該造粒物を約1100~1600℃で焼成する工程、
- (E) 該焼成物を(C)工程で得られた平均2 次粒子径を実質的に破壊しない条件下で粉砕する 工程

とからなる高耐水和性、高流動性酸化マグネシウムの製造方法を提供する。

さらに本発明は、上記の製造方法で得られた酸化マグネシウムを、アルコキシシラン、アルコール、水および酸の混合液と接触処理後、500~900℃で焼成して、酸化マグネシウムの表面にいる。この酸化物を形成させることからなるさらに優れた高耐水和性酸化マグネシウムの製造方法を提供する。この酸化マグネシウムも高流動性、高充塩性を有する。

本発明は、(A) および(B) 工程からなる特殊な方法で合成した高分散性の微結品水酸化マグネシウムを、(C) 工程でスプレードライすることにより追粒乾燥した高流動性、高焼結性の酸化

択することにより、特に好ましい水酸化マグネシウムとして平均 2 次粒子径  $1.0\,\mu$  m 以下、B E T 比表面積  $2\,0\sim4\,0$  m  $^{3}$  / g 、 板状結晶の直径 および厚さがそれぞれ  $0.0\,5\sim0.3\,\mu$  m 、  $0.0\,2\sim0.0\,6\,\mu$  m である高分散性の微結晶を得ることもできる。

上記(A)工程で用いる水溶性マグネシウム塩としては、例えば塩化マグネシウム、硝酸マグネシウム等の水溶性のマグネシウム塩を例示できる。アルカリ性物質としては、水酸化ナトリウム、水酸化カルシウム、水酸化カリウム、アンモニア等を例示できる。

アルカリ性物質の当量比と温度がそれぞれ 0:95当量、40℃を超えると目的物質である高分散性、微結晶の水酸化マグネシウムは得られず、 凝集性の強い、従って2次粒子径の大きな水酸化 マグネシウムとなり、本発明の利点の1つである 低温焼結性の酸化マグネシウムを得ることができ ない。また、加熱温度が120℃を超えると、水 酸化マグネシウムの結晶が成長し過ぎて低温焼結 住と高波動住を損なうこととなる。

本発明の(C)工程であるスプレードライヤー による遺粒乾燥は、前記(B)工程で得られた水 酸化マグネシウムの不純物を除くため水洗後、接 着剤の存在下または非存在下に、造粒乾燥するこ とにより、ほぼ球形の平均2次粒子径が約5~5 Ο Ο μ m の範囲の造粒物を任意に製造することが できる。接着剤の添加は、違粒物の強度を増加す るとともに、焼成時に遺粒物同士の焼結を抑制す る点で好ましい。得られた造粒物は、高流動性、 高焼結性を有する水酸化マグネシウムからなる。

使用する接着剤としては、例えば、ポリビニル アルコール、カルボキシメチルセルロース、ポリ エチレンワックス、ポリアクリル酸、ポリ酢酸ビ ニル、スチレンーアクリル共取合体、アラビアゴ ム、ポリスチレン、アルギン酸ナトリウム等の有 - 機接着剤を好ましい例として例示できる。

本発明の(D)工程である酸化マグネシウムの 焼成工程は、約1100~1600℃好ましくは 約1200~1400℃で約0.5~数時間、大

(D)工程における低温焼成を経て粉砕すること により得られた酸化マグネシウムは、初めて上記 (E)工程の粉砕処理において球形保持が可能な bloshs.

本発明の(E)工程を経た酸化マグネシウムは、 スプレー遺粒物の内部だけで焼結が進行しており、 粉砕が容易であり、高水準の耐水和性を示す。ま たこの酸化マグネシウムは、ほぼ球形に近く、2 次粒子径が約5~500μm、好ましくは約10 ~50μmとすることもでき、嵩密度は約1g/ cm゚以上であるので、樹脂に対して十分な熱伝 導住を付与するに必要な量を充填することができ、 セラミック成形時の作業性にも優れている。였成 粉砕物内部の個々の単結晶の粒子径は約0.5~ 10μmであり、BET比表面積は1m゚1/g以 下である。

この酸化マグネシウムにさらに高水準の耐水和 性を付与するには、メチルアルコール、エチルア ルコール等のアルコールと、メトキシシラン、エ トキシシラン等のアルコキシシラン、少量の水お

気、酸素、窒素等の雰囲気中でロータリーキルン、 トンネル炉、マッブル炉等の焼成装置を用いて行 う。焼成温度が上記範囲よりも低いと耐水和性が 不十分となり、また上記範囲よりも高いと硬くな り過ぎて強度の粉砕が必要となり、違粒物の球形 が損なわれて流動性が悪化し、耐水和性もそれ以 下の温度の焼成物に比して殆ど向上しない。

本発明の(E)工程である焼成物の窃砕工程で は、ボールミル、らいかい機等により、杓及10 分一数時間粉砕処理して本発明の(C)工程で得 られた違粒物の大きさまで粉砕する。(E)工程 では、(C)工程で得られた遺粒物を実質的に破 壊しない程度の時間粉砕を進める。該焼成物は焼 成温度を適宜選択することにより、上記した粉砕 手段を特に採用するまでもなく、例えば師別機を 通すだけで違粒物の大きさまで砕くこともできる 柔らかいものを得ることもできる。本発明の(A) ~(D)工程を経た、即ち(B)工程で得られた 高分散性、微結晶の水酸化マグネシウムを、

(C)工程のスプレードライヤーで造粒乾燥後、

よび塩酸、硝酸、リン酸、烷酸等の酸との混合液 に約100℃までの温度で前記(E)工程を経た 酸化マグネシウムを混合して投触させ、ついで沪 過等の手段により分離した酸化マグネシウムを約 300~900で好ましくは約500~800で の温度で約0.1~数時間焼成処理する。

得られた酸化マグネシウムは、本発明の(E) 工程で得られた粉砕焼成物の表面に露出した酸化 マグネシウムの結晶表面をシリカまたはシリカと 酸化マグネシウムの反応物により被覆するため、 耐水和性はより一層向上する。

アルコキシシランによる表面被覆量はSiO。 資算で酸化マグネシウムに対し、約0、1~3度 量%、好ましくは約0.2~2.0重量%である。

本発明によればアルコキシシランにより表面被 **覆される焼成粉砕物内部の個々の単結晶のBET** 比表面積は1 m \*/ g以下であるから、酸化マグ ネシウム粉末をシリカ被覆する従来の技術と比較 してより少量のシリカ量で高い耐水和性を達成で きるとともに、必要なシリカ含有量を低減できる

ため、熱伝導性等の酸化マグネシウム本来の優れ た物理的特徴を殆ど損なうことがない。

アルコールに共存させる少量の水と酸は、アルコキシシランの酸化マグネシウム表面との反応性を高める点で有用である。

以下本発明を実施例により、さらに詳細に説明する。

以下の実施例において、休止角(安息角)は小 西製作所製FK型安息角測定器を用いて測定した。 実施例1

1.5モル/ Lの塩化マグネシウムと 0.5モル / Lの塩化カルシウムを含有するイオン苦汁 20 L を容量 50 Lのステンレス製円筒形撹拌機付き反 応槽に入れ、ジャケットで約25℃に調節した。 約25℃、40モル/ Lの水酸化ナトリウム 7.4 L(塩化マグネシウムに対し 0.8当量に相当する) を、撹拌しながら約5分間で全量加え、さらに約 5分間撹拌した。その後撹拌しながら90℃まで 昇温し、その温度で約2時間保持した。続いて減 圧炉過法により股水水洗した。

#### の柔らかさであった。

焼成物をボールミルにより 0.5~1時間粉砕処理してマイクロトラック法により測定した平均2次粒子径約22μmであり、走査型電子顕微鏡で観察するとほぼ真球の酸化マグネシウム結晶が緻密に詰まった酸化マグネシウム焼結体を得た(第3 図、倍率1000倍)。

1 1 5 0 ℃、1 2 5 0 ℃および 1 4 0 0 ℃ 炉成 物の物性を第1 表に示す。

第1表

|          | 精晶         | BET     | 見掛け  |
|----------|------------|---------|------|
| 焼成温度     | 拉子径        | 比表面積    | 比重   |
| <u> </u> | <u>μ m</u> | m²/g    | g/ml |
| 1150     | 2 - 3      | 0.5     | 1.1  |
| 1 2 5 0  | 3 - 6      | 0.2     | 1.2  |
| 1 4 0 0  | 6-10       | . 0 . 1 | 1.5  |

得られた水酸化マグネシウムは B E T 比表面積 2 2 m <sup>3</sup> / g、マイクロトラック法で 測定した 平均 2 次粒子径 0.5 3 μ m、 M g (O H) <sub>2</sub> 9 9.6 重量%、 C a O 0.0 2 重量%であった。

水洗した水酸化マグネシウムを再び水に分散させ、約20重量%のスラリーとし、水酸化マグネシウムに対し1重量%のポリエチレンワックスをエマルジョンにしてスラリーに加え、均一に混合後NIRDスプレードライヤーを用いて、アトマイザー方式により熱風入口温度約350~370で、排風温度約100~110℃で造粒乾燥した。

該造粒物を走査型電子顕微鏡で観察すると、水 酸化マグネシウムの外形はほぼ真球で、直径が約 20~40μm、結晶は長さ0.1~0.2μm、 厚さ0.02~0.04μm(第1図、倍率175 0倍、第2図、倍率10.000倍)であった。

このスプレードライざれた水酸化マグネシウムを、カンタル炉で1150℃、1250℃および1400℃でそれぞれ2時間焼成した。1150℃および1250℃の焼成物は、手で砕ける程度

第1表(統)

| 焼成温度     | 耐水和性 | 体止角   | MgO含量 |
|----------|------|-------|-------|
| <u> </u> | 重量%  |       | 重量%   |
| 1 1 5 0  | 6.4  | 4 4 * | 99.4  |
| 1 2 5 0  | 5.1  | 44.   | 99.5  |
| 1400.    | 3.6  | 44.   | 99.8  |

#### 注:

- 1) 結晶粒子径:電子顕微鏡により測定
- 2) 見掛け比重: JIS-K6224により減定
- 3)耐水和性:100℃の游風水中に5時間浸液 後の重量増加%を測定
- 4)休止角:角度が小さい程流動性が高いことを示す。酸化マグネシウム粉末は約5 9°である。

#### 奥施例 2

実施例 1 で得られた乾燥前の水酸化マグネシウムに、水酸化マグネシウムに対し 2 重量%のスチレンとアクリルとの共重合体を接着剤として添加

### 特開平2-212314 (6)

#### 第2表

| ドライヤーを用いて、ノズル径2.4mm、熱風 |          | 枯晶    | вет     | 見掛け     |
|------------------------|----------|-------|---------|---------|
| 入口温度400~420℃、排風温度150~1 | 焼成温度     | 粒子径   | 比表面積    | 比重      |
| 70℃の条件で造粒乾燥した。得られた水酸化マ | <u>v</u> | μm    | m 2 / g | g / m l |
| グネシウムを光学顕微鏡で観察すると、約100 | 1250     | 3 - 5 | 0.1     | 1.3     |

| 焼成温度     | 耐水和性 | 体止角      | MgO含量 |
|----------|------|----------|-------|
| <u> </u> | 重量%  | <u> </u> | 重量%   |
| 1250     | 4.5  | 3 4      | 99.6  |

この水酸化マグネシウムを1250℃で3時間 焼成した。焼成物は柔らかく、手でも砕ける状態 であった。この焼成物をボールミルを用いて30 分処理し、平均2次粒子径約200μmのほぼ真 球の酸化マグネシウム焼結体を得た。

し、混合使NIRO社製のノズルタイプスプレー

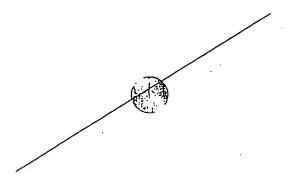
この焼結体の物性を第2表に示す。

~300μmの球形造粒物であった。

#### 実施例3

実施例1で得られた酸化マグネシウム100gを、テトラエトキシシラン3.5g、エチルアルコール250ml、水20mlおよび塩酸20mlの混合液に加え、約70℃で5分間十分撹拌し、沪過後、800℃で2時間加熱処理した。

得られたシラン処理酸化マグネシウムの物性を 第3 表に示す。



第3表

| 焼成温度    | 耐水和性 | S i O : 含量 | MgO含量 |
|---------|------|------------|-------|
|         | 重量%  | 重量%        | 重量%   |
| 1 1 5 0 | 0.87 | 0.74       | 99.0  |
| 1 2 5 0 | 0.79 | 0.72       | 99.1  |
| 1400    | 0.36 | 0.71       | 99.2  |

### さらに本発明によれば、高流動性の酸化マグネ シウムが得られる酸化マグネシウムの製造方法が 提供される。

本発明によれば、樹脂に熱伝導性を付与するに 十分な量を高充填できる酸化マグネシウムの製造 方法が提供される。

本発明によればさらに、ほぼ球形に近く、2次粒子径が約5~500μm、嵩密度が約1g/cm<sup>3</sup>以上である酸化マグネシウムの製造方法が提供される。

#### 比較例1

BET比表面積40m³/8、平均2次粒子径4.8μmの水酸化マグネシウム粉末を、カンタル炉により1400℃で2時間焼成後、ボールミルで約6時間粉砕した。この物の耐水和性は28重量%、休止角は59°であった。

この酸化マグネシウムを実施例2と同じ条件でシリカ処理した後の耐水和性は15.2重量%であった。

#### 4 図面の簡単な説明

第1図は実施例1で得られた水酸化マグネシウム 追粒物の1750倍定查型電子顕微鏡写真、第2図は同じく10,000倍の定查型電子顕微鏡写真、第3図は実施例1で得られた酸化マグネシウムの1,000倍定查型電子顕微鏡写真を示す。

#### [発明の効果]

本発明によれば、高耐水和性の酸化マグネシウムが得られる酸化マグネシウムの製造方法が提供される。

出願人 協和化学工業株式会社 代理人 弁理士 小林 正明

# BEST AVAILABLE COPY

第 1 図

特開平2-212314(7)

手統補正督 (方式)

平成1年6月12日

特許庁長官 政



4. 6.13

1. 事件の表示 平成1年特許願第31592号

2. 発明の名称 高耐水和性、高流動性酸化マグネシウム

の製造方法

3. 福正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 名称 技

香川県高松市屋島西町305番地

協和化学工業株式会社

4.代理人 〒189

住 所 東京都新宿区高田馬場二丁目19番7号 タックイレブンビル110-7 氏 名(8612)弁理士 小林 正明日 (18612)

電話 209-6 1905

5. 補正命令の日付・平成1年5月30日(発送日)

6. 補正の対象

図面の簡単な説明の個

7. 補正の内容

. 別紙のとおり





 本願明細書第22頁13行、第22頁15行および 第22頁16行記載の「写真」を「写真(結晶の構造)」 と訂正する。

以上

#### 手続補正書

平成2年2月 6 日

特許庁長官 股

1. 事件の表示

特顯平第1-31592号

特許庁 2. 2. 6

2. 発明の名称

高耐水和性、高流動性酸化マグネシウムの 製造方法

3. 補正をする者

事件との関係

特許出願人

氏 名 協和化学工業株式会社

4.代理人 〒169

住 所 東京都新宿区高田馬場二丁目19番7号 タックイレブンピル110円 氏 名(8812)弁理士 小林 正則(ボル)

1 1 1 2 0 9 - 6

・5. 補正命令の日付. なし(自発)

6. 補正の対象 .

本類明細書の「発明の詳細な説明の個」

7. 補正の内容 別紙のとおり

+; -P (E)

- 1. 本願明細母第8頁20行記載の「酸化」を「水酸化」と訂正する。
- 2. 同第9頁5行記載の「高水和性」を「高耐水和性」 と訂正する。
- 3. 同第13頁5行記載の「(E)工程」を「(D)工程」と訂正する。
- 4. 同第13頁7~8行記載の「またこの酸化マグネシウムは」を「本発明の(E)工程を経た酸化マグネシウムは」と訂正する。
- 同第13頁11行記載の「cm²」を「cm³」と訂正する。
- 6. 同第15頁15行記載の「40モル/ℓの水酸化ナトリウム7.4」を「4.0モル/ℓの水酸化ナトリウム12」と訂正する。
- 7. 岡第16頁9行記載の「NIRD」を「NIRO」 と訂正する。

以上